



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

Veröffentlichungshummer:

**0 008 083**  
**A1**

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

Anmeldenummer: 79102778.2

Anmeldetag: 02.08.79

Int. Cl.: C 08 K 9/08, C 09 B 67/20,  
C 09 C 3/04, B 01 J 2/12,  
B 01 J 2/14

Priorität: 15.08.78 CH 8577/78

Anmelder: CIBA-GEIGY AG, Patentabteilung Postfach,  
CH-4002 Basel (CH)

Veröffentlichungstag der Anmeldung: 20.02.80  
Patentblatt 80/4

Erfinder: Dörfl, Werner H., Aumattstrasse 122,  
CH-4153 Reinach (CH)  
Erfinder: Medinger, Bernhard, Dr., Neumattweg 5,  
CH-4147 Aesch (CH)  
Erfinder: Troxler, Eduard, Dr., St. Albanring 220,  
CH-4052 Basel (CH)

Benannte Vertragsstaaten: BE CH DE FR GB IT NL

Verfahren zur Herstellung von Granulaten schweremmelbarer Zusatzstoffe für Kunststoffe, insbesondere von Pigmenten, durch thermische Rotgranulierung und die so erhaltenen Granulate.

Verfahren zur Herstellung von Granulat von schweremmelbaren Zusatzstoffen für Kunststoffe, insbesondere von Pigmenten, durch thermische Rotgranulierung, dadurch gekennzeichnet, daß man den Zusatzstoff in Pulverform mit einem Granulierungsmittel vermischt, das zwischen 30-200° C erweicht und eine Teilchengröße von 0,1-2,0 mm aufweist und diese Mischung einer schonenden Drehbewegung unterwirft, wobei gleichzeitig mittels einer Heizquelle Erwärmung bis mindestens zum beginnenden Erweichen des Granulierungsmittels erfolgt.

EP 0 008 083 A1

ACTORUM AG

0008083

- 1 -

3-11975/+

ANT CORP LEGAL  
SANTA MONICA, CALIFORNIAThermische Rollgranulierung

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur thermischen Rollgranulierung von schwerschmelzbaren Zusatzstoffen für Kunststoffe, unter schonenden Bedingungen.

Verfahren zur Herstellung von Granulaten schwerschmelzbarer Zusatzstoffe für Kunststoffe sind aus den DE-PS 1,542,058, DE-PS 1,642,990 und US-PS 3,778,288 bekannt. Bei diesen Verfahren werden mittels hochtouriger Rühr-/Mischaggregate durch Reibungswärme höhere Temperaturen erzeugt, sodass eine Komponente des zu mischenden Gemenges schmilzt und als Granulierflüssigkeit dient. Durch die Kräfte, die bei hochtourigen Mischprozessen einwirken, wird die Agglomerationsbildung derart beeinflusst, dass die Dispergierbarkeit des so erhaltenen Granulates in erheblichem Masse beeinträchtigt wird, was sich insbesondere bei Pigmenten nachteilig auswirkt. Eine befriedigende Dispergierbarkeit

0008083

- 2 -

kann zwar in Einzelfällen dadurch erreicht werden, dass man grosse Mengen des Granulierhilfsstoffes eventuell zusammen mit Dispergierhilfsstoffen verwendet. Meistens sind aber grössere Anteile dieser Zusatzstoffe unerwünscht, wenn man beliebige Substrate pigmentieren will, die im allgemeinen nur wenig Fremdstanz aufnehmen können, ohne ihre physikalischen Eigenschaften zu verändern.

Aus der DE-OS 2,540,355 ist ein "Verfahren zur Herstellung nicht stäubender, gut dispergierbarer Pigmentgranulate" bekannt, das jedoch auf der Verwendung von organischen Lösungsmitteln basiert, was etliche Nachteile mit sich bringt: Explosions- und Brandgefahr (Inertisierung notwendig), Regeneration der Lösungsmittel, ökologische Probleme.

Es wurde nun gefunden, dass die erwähnten Nachteile vermieden werden, wenn man den zu granulierenden Zusatzstoff in Pulverform mit einem Granulierhilfsmittel vermischt, das zwischen 30-200°C erweicht und eine Teilchengrösse von 0,1-2,0 mm, bevorzugt 0,1-1,0 mm und insbesondere 0,1-0,5 mm aufweist und diese Mischung einer schonenden Drehbewegung unterwirft, wobei gleichzeitig mittels einer Heizquelle Erwärmung bis mindestens zum beginnenden Erweichen des Granulierhilfsmittels erfolgt.

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich zur Granulierung von schwerschmelzbaren Zusatzstoffen für Kunststoffe, insbesondere von Pigmenten und vorzugsweise von organischen Pigmenten. Es können aber auch andere Zusatzstoffe, wie beispielsweise Antioxidantien und Lichtschutzmittel nach dem erfindungsgemässen Verfahren granuliert werden.

Die erfindungsgemäss verwendbaren organischen Pigmente können den verschiedensten Klassen angehören, bei-

- 3 -

0008083

spielsweise der Klasse der Azo-, Azomethin-, Anthrachinon-, Phthalocyanin-, Nitro-, Perinon-, Perylen-, Chinophthalon-, Dioxazin-, Thioindigo-, Iminoisoindolinon- oder Chinacridonpigmente. Auch Metallkomplexe, beispielsweise von Azo-, Azomethin- oder Methinfarbstoffen mit Pigmentcharakter sind geeignet. Ebenso können auch Russ, und anorganische Pigmente wie  $\text{TiO}_2$ , Eisenoxid, Bleichromate, sowie Gemische verschiedener Pigmente verwendet werden.

---

Anstelle reiner Pigmente oder Pigmentmischungen können auch fertige Pigmentpräparate verwendet werden; das sind Zubereitungen enthaltend neben dem Pigment beispielsweise 20-90 %, vorzugsweise zwischen 40-60 % eines Trägerstoffes.

---

Die Pigmente liegen vorteilhaft in einer fein verteilten Form vor, d.h. die Teilchengröße liegt zweckmäßig zwischen 0,01-5  $\mu$ , wie man sie beispielsweise durch Mahlen oder Kneten der Rohpigmente gegebenenfalls in Gegenwart von Lösungsmitteln und anderen Zusatzstoffen oder durch geeignete Steuerung des Syntheseverfahrens erhält. Sie werden im allgemeinen in Form trockener Pulver verwendet, die jedoch noch so viel Restfeuchtigkeit enthalten dürfen, dass der Granulierprozess bzw. die Qualität des hergestellten Granulates nicht beeinträchtigt werden. In der Regel bedeutet das, dass die Pulver bis zu 10% Restfeuchtigkeit enthalten können.

Als Granulierhilfsstoffe eignen sich vorzugsweise synthetische, halbsynthetische und natürliche Harze. Dabei kann es sich bei den synthetischen oder halbsynthetischen Harzen um Polymerisations-, Polykondensations- oder Polyadditionsprodukte handeln. Prinzipiell können alle in der Lack- und Druckfarbenindustrie gebräuchlichen Harze und

0008083

- 4 -

Bindemittel verwendet werden, wie sie beispielsweise in den Lackrohstofftabellen von Karsten 5. und 6. Auflage, Hannover 1972 resp. 1977 und/oder in dem Werk Über Lackkunstharze von Wagner und Sarx, 5. Auflage, München 1971, beschrieben sind. Auch hochmolekulare Verbindungen mit Kunststoff-Charakter, wie sie beispielsweise im Kunststoff-Taschenbuch des Carl-Hanser-Verlages, München (20. Auflage 1977) beschrieben sind, können gegebenenfalls als Granulierhilfsmittel verwendet werden. Vorzugsweise wird man solche Harze verwenden, die nicht an der Luft oder mit sich selbst chemisch weiterreagieren und eventuell vernetzen.

Alle diese Harze können einzeln oder in Mischungen verwendet werden, sofern sie zwischen 30 und 200°C, vorzugsweise zwischen 30 und 150°C und insbesondere zwischen 50 und 120°C erweichen.

Bevorzugte Harzklassen sind die folgenden:

a) Kolophonium und seine Derivate in allen Formen, beispielsweise hydriert, di- oder polymerisiert, verestert mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen, mit Harzbildnern wie Acrylsäure und Butandiol oder Maleinsäure und Pentaerythrit, modifiziertes Kolophoniumharz, Calcium- oder Zinksalze des Kolophoniums, Abietinsäure und deren Ester. Die löslichen, mit Kolophonium modifizierten Phenolharze und Harze auf Basis von Acrylverbindungen, sowie andere natürliche Harze, wie Schellack und andere Kopale, sowie Salze des Rosinamins,

b) Maleinatharze, ölfreie Alkydharze, styrolisierte Alkydharze, Vinyl-toluol-modifizierte Alkydharze, Alkydharze mit synthetischen Fettsäuren, Leinölalkydharze, Ricinenalkydharze, Ricinusölalkydharze, Sojaölalkydharze, Cocosölalkydharze, Tallow- und Fischölalkydharze und acry-

0008083

- 5 -

lierte Alkydharze,

c) Terpenharze und Terpenphenolharze

d) Polyvinylharze wie: Polyvinylacetat, Polyvinylchlorid und -vinylidenchlorid, Polyvinylacetale, Polyvinyläther, Misch- und Pfropfpolymeren mit verschiedenen Vinylmonomeren, Polyacrylsäureharze, wie Acrylsäureester und Methacrylsäureester und ihre Mischpolymerisate.

e) Styrolpolymerisate und -mischpolymerisate,

f) Polyolefine, z.B. Polyäthylen, Polypropylen, Polybutylen, Polyisobutylen, Polyisopren, substituierte Polyolefine, halogenierte Polyolefine und ihre Mischpolymerisate, wie Äthylen-, Vinylacetatmischpolymerisate und andere Kunstharze auf Basis ungesättigter Kohlenwasserstoffe, z.B. niedrigmolekulare Polystyrole, insbesondere aber die unter der Bezeichnung Petroharze bekannten Polyolefine eines mittleren Polymerisationsgrades vorzugsweise mit einem Molgewicht von 300-5000,

g) Polyamid- und Polyesterharze, wie lineare oder verzweigte Polyesterharze auf Basis von Phthalsäure, Iso-phthalsäure, Adipinsäure oder Sebacinsäure,

h) Cumaron-, Inden-, Cumaron-Inden- und Ketonharze.

Als weitere Granulierhilfsmittel seien feste Weichmacher oder weichmacherähnliche Substanzen genannt, wie Cycloalkyl-, Aryl- oder Aralkylester von Dicarbonsäuren, wie z.B. Dicyclohexyl-, Diphenyl- oder Dibenzylester der Phthalsäure, Ester der Phosphorsäure, beispielsweise

0008083

- 6 -

Triphenylphosphat, Arylsulfonsäureester des Phenols und des Kresols, Arylcarbonsäureester, beispielsweise Trimethyloläthantribenzoat, sowie Erdalkalimetallsalze von Fettsäuren mit 12-24 C-Atomen, beispielsweise Mg-Behenat und -Stearat und auch wachsartige Verbindungen wie z.B. Polyolefinwachse, insbesondere Polyäthylen-Wachse. Ferner eignen sich als Granulierhilfsmittel auch Polyoxyäthylenglykole und -glykoläther, Polyoxyäthylen-oxypropylenglykole und -glykoläther, polyoxyäthylierte und/oder polyoxypropylierte Phenole und Amine.

Man verwendet zweckmässig 2-50 Teile, vorzugsweise 5-50 und insbesondere 5-30 Teile des Granulierhilfsmittels auf 100 Teile des zu granulierenden Stoffes.

Die Korngrösse des Granulierhilfsmittels ist von entscheidender Bedeutung für die Korngrösse des herzustellenden Granulates. Je nach Einsatzgebiet bzw. Einarbeitungsmethode werden bestimmte Anforderungen an Korngrösse und Korngrössenverteilung (Granulometrie) des Granulates gestellt. Bei der Herstellung von Granulaten ist deshalb die Gutkornausbeute wichtig. Dabei versteht man unter Gutkornausbeute den Anteil am fertigen Granulat, der aus Granulatkörnern eines bestimmten Grössenbereiches besteht. Da es sich für viele Kunststoff-Applikationen als vorteilhaft erwiesen hat, wenn der Korndurchmesser des Granulates zwischen 0,2 mm und 2,0 mm liegt, soll im folgenden unter Gutkornausbeute der Anteil des erhaltenen Granulates verstanden werden, dessen Korndurchmesser in diesem Grössenbereich liegt. (Damit ist selbstverständlich nicht ausgeschlossen, dass für bestimmte Anwendungsbereiche auch Granulate mit anderen Korngrössen verwendbar oder gar erwünscht sind. Für diese Fälle muss dann lediglich der Korngrössenbereich des Gutkorns entsprechend abgeändert werden.)

0008083

- 7 -

Zur Erreichung einer hohen Gutmehlausbeute (0,2 - 2 mm Korndurchmesser) ist es notwendig, dass die Korngrösse des Granulierhilfsmittels zwischen 0,1 mm und 1,0 mm liegt. Bei kleinerer Korngrösse entsteht kein Granulat und bei grösserer Korngrösse entsteht ein Granulat mit schlechter Gutmehlausbeute bzw. mit hohem Anteil an Ueberschuss (Korndurchmesser 2 mm), dessen übrige Eigenschaften deshalb allerdings nicht nachteilig sein müssen.

Auch bei höheren Zusatzmengen an Granulierhilfsmittel lässt sich eine einwandfreie Granulierung beobachten. Es ist jedoch ein Vorteil der hier beschriebenen Methode, dass sich auch mit geringeren Anteilen des Granulierhilfsmittels gut dispergierbare Granulate herstellen lassen, wobei die zusätzliche Mitverwendung geringer Mengen von Dispergierhilfsmittel nicht ausgeschlossen ist. Grössere Anteile dieser Hilfsmittel sind nämlich unerwünscht, wenn man mit den Granulaten beliebige Substrate pigmentieren will, die im allgemeinen nur wenig Fremdstoffe aufnehmen können, ohne ihre physikalischen Eigenschaften nachteilig zu verändern.

Für die Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens verwendet man zweckmässig die bekannten, üblichen kontinuierlichen und diskontinuierlichen Granulierapparate, wie beispielsweise Granuliertrommel, Granulierteller, wie z.B. EIRICH-Teller, und Trockner, beispielsweise Conaform- oder Taumeltrockner.

Geeignete Heizquellen sind Strahlungsheizung, wie Mikrowellenstrahlung oder insbesondere IR-Strahlung, oder Konvektionsheizung, wie Mantel- oder Ruhrwellenheizung.



0008083

- 8 -

Das erfindungsgemässe Verfahren wird zweckmässig bei einer Temperatur durchgeführt, die mindestens so hoch liegt, dass das Granulierhilfsmittel zu erweichen beginnt, zweckmässig aber bei Temperaturen, die etwa 5-30°C darüber liegen. Während der Erwärmung und bis zum Abschluss der Granularbildung soll eine schonende Drehbewegung mit einer Umfangsgeschwindigkeit von 0,3-2,2 m/sec, vorzugsweise von 0,5-2,0 m/sec stattfinden.

Die erhaltenen Granulate lassen sich für die üblichen Applikationen in Kunststoffen einsetzen und zeigen die gleich gute Dispergierbarkeit und dieselben Eigenschaften wie die pulverförmigen Zusatzstoffe. Im Gegensatz zu diesen besitzen sie ein wesentlich kleineres Schüttvolumen, sind rieselfähig und weitgehend staubfrei und weisen eine relativ gute mechanische Festigkeit auf, bilden also auch nach längerer Lagerzeit und während des Transports in Fässern keinen Staub.

Selbstverständlich eignen sich solche Granulate auch für die Applikation in anderen Substraten, wie beispielsweise in Lacken und Drucktinten, sofern die verwendeten Granulierhilfsstoffe so gewählt werden, dass sie mit diesen Systemen verträglich sind.

In den nachfolgenden Beispielen bedeuten die Teile, sofern nichts anderes angegeben wird, Gewichtsteile, die Prozente Gewichtsprozente und die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.

0008083

- 9 -

Beispiel 1

80 Teile C.I. Pigment Blue 15:3 in Pulverform und 20 Teile Polyäthylenglykol (Carbowax 4000 der Firma Union Carbide) der Korngrösse 0,1-0,4 mm werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf

~~100° erwärmt und während 30 Minuten bei dieser Temperatur~~

gehalten. Das erhaltene Granulat wird nach dem Abkühlen unter den Erweichungsbereich des Granulierhilfsmittels ausgeladen. Die gewünschte Kornfraktion (0,2-2 mm) wird durch Sieben abgetrennt. Die in hoher Gutkornausbeute (79 %) erhaltenen kugelförmigen Granulatkörner besitzen bei der Einarbeitung z.B. in Weich-PVC-Walzfolien die gleich gute Dispergierbarkeit und die gleichen koloristischen Eigenschaften wie das pulverförmige Ausgangspigment.

Beispiel 2

80 Teile C.I. Pigment Yellow 110 in Pulverform, 10 Teile Polyäthylenglykol (Carbowax 4000) der Korngrösse 0,1-0,4 mm und 10 Teile Magnesiumstearat als Dispergierhilfsmittel, werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 85°C erwärmt und während 30 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 beschrieben aufgearbeitet.

Man erhält in hoher Gutkornausbeute (74 %) ein Pigmentgranulat, welches die gleichen Eigenschaften aufweist wie

0008083

- 10 -

dasjenige des Beispiels 1.

Beispiel 3

80 Teile C.I. Pigment Yellow 13 in Pulverform, 10 Teile Polyäthylenglykol (Carbowax 4000) der Korngrösse 0,1-0,4 mm und 10 Teile Magnesiumstearat als Dispergierhilfsmittel, werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 85°C erwärmt und während 20 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 beschrieben aufgearbeitet.

Man erhält in hoher Gutmikroausbeute (68 %) ein Pigmentgranulat, das die gleichen Eigenschaften aufweist wie dasjenige des Beispiels 1.

Beispiel 4

80 Teile C.I. Pigment Red 144 in Pulverform und 20 Teile Polyäthylenglykol (Carbowax 20 000 der Firma Union Carbide) der Korngrösse 0,2-0,5 mm werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 100° erwärmt und während 30 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 beschrieben aufgearbeitet.

0008083

- 11 -

Man erhält in hoher Gutkornausbeute (87 %) ein Pigmentgranulat mit einem Korndurchmesser von 0,2-2 mm, welches bei der Einarbeitung z.B. in Weich-PVC-Walzfolien dieselbe Dispergierbarkeit und die gleichen koloristischen Eigenschaften wie das pulverförmige, stäubende Ausgangspigment aufweist.

Beispiel 5

80 Teile C.I. Pigment Red 144 in Pulverform und 20 Teile Hydroabietinsäure (Staybelite Resin der Firma Hercules) von 0,125-0,5 mm Korngrösse werden in einem LOE-DIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 105°C erwärmt und während 20 Minuten auf dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 aufgearbeitet.

Man erhält in hoher 63 %iger Gutkornausbeute ein Pigmentgranulat, das die gleichen Eigenschaften wie diejenigen der Beispiele 1-4 aufweist.

Beispiel 6

Verwendet man das im Beispiel 5 verwendete rote Pigment, aber anstelle der Hydroabietinsäure dieselbe Menge polymeres  $\alpha$ -Methyl-Styrol (Kristallex 3070 der Firma Hercules) von 0,1-1,0 mm Korngrösse als Granulierungsmittel und verfährt im übrigen nach den Angaben des Beispiels 5, jedoch bei einer Temperatur von 75°C, so erhält man ein kugelförmiges Pigmentgranulat von ebenso guter Qualität und Gutkornausbeute (65 %).

0008083

- 12 -

Beispiel 7

Verwendet man das im Beispiel 5 verwendete rote Pigment, aber anstelle der Hydroabietinsäure dieselbe Menge Neopentylglykoldibenzoat (Benzoflex S-312 der Firma Velsicol International) von 0,1-1,0 mm Korngrösse als Granulierungsmittel und verfährt im übrigen nach den Angaben des Beispiels 5, so erhält man ein Pigmentgranulat von guter Qualität mit einer Gutkornausbeute von 78 %.

Beispiel 8

70 Teile C.I. Pigment Red 144 in Pulverform und 30 Teile Polyäthylenglykol (Carbowax 4000) von 0,1-0,5 mm Korngrösse werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mit Hilfe eines IR-Strahlers auf 80°C erwärmt und während 30 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 beschrieben aufgearbeitet.

Man erhält ein Pigmentgranulat, das die gleichen Eigenschaften wie diejenigen der vorhergehenden Beispiele aufweist. Gutkornausbeute: 89 %.

Beispiel 9

80 Teile C.I. Pigment Red 144 in Pulverform, 10 Teile Polyäthylenglykol (Carbowax 4000) von 0,1-0,5 mm Korngrösse und 10 Teile Magnesiumstearat als Dispergierungsmittel werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem Taumeltrockner wird diese Mischung bei

0008083

- 13 -

drehender Bewegung (1 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels Mantelheizung auf 80°C erwärmt und während 60 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird abgekühlt und ausgeladen. Die gewünschte Kornfraktion wird durch Sieben abgetrennt.

Man erhält ein Pigmentgranulat von ebenso guter Qualität wie sie die im EIRICH-Teller hergestellten Granulate besitzen. Gutmakausbeute: 91%.

#### Beispiel 10

Verfährt man genau wie in Beispiel 9 beschrieben, jedoch statt in einem Taumeltrockner in einem Conaform-trockner (ebenfalls mit Mantelheizung) bei 1,4 m/sec Umfangsgeschwindigkeit, so erhält man ein kugelförmiges Pigmentgranulat von ebenso guter Qualität. Gutmakausbeute: 95%.

#### Beispiel 11

80 Teile C.I. Pigment Red 144 in Pulverform und 20 Teile Pentaerythrit-Tetrastearat (Pentaerythritol-Stearinsäureester der Fa. Hercules) von 0,1 - 0,5 mm Korngrösse werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 85°C erwärmt und während 10 Minuten auf dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 aufgearbeitet.

Man erhält in hoher Gutmakausbeute (86 %) ein Pigmentgranulat, das die gleichen Eigenschaften wie diejenigen der Beispiele 1-8 aufweist.

0008083

- 14 -

Beispiel 12

Verfährt man nach den Angaben des Beispiels 11, mit der einzigen Ausnahme, dass man Pentaerythrit-Tetrestearat von 0,5 - 1,0 mm anstatt von 0,1 - 0,5 mm Korngrösse verwendet, so erhält man in etwa gleicher Gutkornausbeute (92 %) ein Granulat mit ebenso guten Eigenschaften.

Beispiel 13

Verfährt man nach den Angaben des Beispiels 11, mit der einzigen Ausnahme, dass man Pentaerythrit-Tetrestearat der Korngrösse 1 - 2 mm verwendet, so beträgt die Gutkornausbeute nur 24 %. Der Anteil an Ueberkorn (Korngrösse 2-5 mm) beträgt 65 %.

Beispiel 14

Verfährt man nach den Angaben des Beispiels 11, mit der einzigen Ausnahme, dass man Pentaerythrit-Tetrestearat der Korngrösse  $\leq 0,1$  mm verwendet, so entsteht kein Granulat. Das Granulierhilfsmittel ist zu fein.

Beispiel 15

95 Teile Titandioxyd in Pulverform (Rutil R-HD 6 der Fa. Tioxide International Ltd.) und 5 Teile Vinyl-Kopolymer (Piccotex 100 der Fa. ESSO-Standard) der Korngrösse 0,1 - 0,5 mm werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 80°C erwärmt und während 5 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 aufgearbeitet.

Man erhält in 81 %iger Gutkornausbeute ein Pigmentgranulat, das die gleichen Eigenschaften aufweist wie dasjenige des Beispiels 1.

0008083

- 15 -

Beispiel 16

70 Teile Russ in Pulverform (Printex 300 der Fa. DEGUSSA) und 30 Teile Pentaerythrit-Tetrastearat von 0,1 - 0,5 mm Korngrösse werden in einem LOEDIGE-Mischer homogen vermischt. In einem EIRICH-Teller wird diese Mischung bei drehender Bewegung (0,6 m/sec Umfangsgeschwindigkeit) mittels IR-Lampenheizung auf 100°C erwärmt und während 10 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Das erhaltene Granulat wird wie in Beispiel 1 aufgearbeitet.

Man erhält in 81 tiger Gulkornausbeute ein Pigmentgranulat, das die gleichen Eigenschaften aufweist wie dasjenige des Beispiels 1.

Beispiel 17

1 Teil eines gemäss obigen Beispielen erhaltenen Pigmentgranulates wird in einem Gemisch bestehend zu 65% aus stabilisiertem PVC und 35% aus Dioctylphthalat verrührt. Die Mischung wird während 3 Minuten bei 140-150°C zwischen den Walzen eines Kalanders hin- und herbewegt. Man erhält eine gleichmässig gefärbte Folie ohne unverteilte Pigmentagglomerate.



0008083

- 16 -

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verfahren zur Herstellung von Granulat von schwerschmelzbaren Zusatzstoffen für Kunststoffe durch thermische Rollgranulierung, dadurch gekennzeichnet, dass man den Zusatzstoff in Pulverform mit einem Granulierhilfsmittel vermischt, das zwischen 30-200°C erweicht und eine Teilchengrösse von 0,1- 2,0mm aufweist und diese Mischung einer schonenden Drehbewegung unterwirft, wobei gleichzeitig mittels einer Heizquelle Erwärmung bis mindestens zum beginnenden Erweichen des Granulierhilfsmittels erfolgt.
2. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusatzstoffe Pigmente sind.
3. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Zusatzstoffe organische Pigmente aus der Klasse der Azo-, Azomethin-, Anthrachinon-, Phthalocyanin-, Nitro-, Perinon-, Perylen-, Chinophthalon-, Dioxazin-, Thioindigo-, Iminoisoindolinon- oder Chinacridonpigmente, Metallkomplexe, beispielsweise von Azo-, Azomethin- oder Methin-farbstoffen mit Pigmentcharakter oder auch Gemische verschiedener Pigmente verwendet.

0008083

- 17 -

4. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Zusatzstoffe Pigmentpräparate verwendet.

5. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel ein synthetisches, halbsynthetisches oder natürliches Harz verwendet.

~~6. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Granulierhilfsmittel Weichmacher, Metallseifen oder Wachse verwendet.~~

~~7. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man Granulierhilfsmittel verwendet, die zwischen 50 und 120°C erweichen.~~

~~8. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das verwendete Granulierhilfsmittel eine Teilchengrösse von 0,1 - 1,0 mm aufweist.~~

9. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das verwendete Granulierhilfsmittel eine Teilchengrösse von 0,1 - 0,5 mm aufweist.

10. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man 2-50 Teile des Granulierhilfsmittels auf 100 Teile des zu granulierenden Zusatzstoffes verwendet.

11. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man 5-50 Teile des Granulierhilfsmittels auf 100 Teile des zu granulierenden Zusatzstoffes verwendet.

0008083

- 18 -

12. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Wärme mittels Konvektionsheizung zuführt.

13. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man die Wärme mittels Strahlungsheizung zuführt.

14. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man bei Temperaturen granuliert, die 5-30°C über der Temperatur liegen, bei der das Granulierhilfsmittel zu erweichen beginnt.

15. Verfahren gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man bei einer Umfangsgeschwindigkeit von 0,3-2,2 m/sec granuliert.

16. Das gemäss Anspruch 1 erhaltene Granulat.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☒ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**